

SMĚRNICE KOMISE 2005/10/ES**ze dne 4. února 2005,****kteřou se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu benzo[a]pyrenu v potravinách****(Text s významem pro EHP)**

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

Článek 1

s ohledem na směrnici Rady 85/591/EHS ze dne 20. prosince 1985 o zavedení metod Společenství pro odběr vzorků a analýzy pro sledování potravin určených k lidské spotřebě⁽¹⁾, a zejména na článek 1 uvedené směrnice,

Členské státy přijmou veškerá opatření nezbytná k tomu, aby byly odběry vzorků pro úřední kontrolu obsahu benzo[a]pyrenu v potravinách prováděny metodami popsány v příloze I této směrnice.

vzhledem k těmto důvodům:

Článek 2

(1) Nařízení Komise (ES) č. 466/2001 ze dne 8. března 2001, kterým se stanoví maximální limity některých kontaminujících látek v potravinách⁽²⁾, stanoví maximální limity benzo[a]pyrenu a odkazuje na opatření, jimiž se stanoví metody odběru vzorků a analýzy, které mají být použity.

Členské státy přijmou veškerá opatření nezbytná k tomu, aby příprava vzorků a metody analýzy použité pro úřední kontrolu obsahu benzo[a]pyrenu v potravinách splňovaly kritéria popsaná v příloze II této směrnice.

Článek 3

(2) Směrnice Rady 93/99/EHS ze dne 29. října 1993 o doplňujících opatřeních týkajících se úředního dozoru nad potravinami⁽³⁾ zavádí systém norem řízení jakosti pro laboratoře pověřené členskými státy úředním dozorem nad potravinami.

Členské státy uvedou v účinnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí do dvanácti měsíců od jejího vyhlášení. Neprodleně sdělí Komisi znění těchto předpisů a srovnávací tabulku mezi těmito předpisy a touto směrnicí.

(3) Jeví se nezbytným stanovit obecná kritéria, která musí metody analýzy splňovat, aby se zajistilo, že laboratoře pověřené kontrolou budou používat metody analýzy se srovnatelnými pracovními charakteristikami. Je rovněž velice důležité, aby výsledky analýz byly uváděny a vykládány jednotným způsobem, s cílem zajistit harmonizovaný přístup k provádění kontrol. Tato pravidla pro výklad jsou použitelná pro výsledky analýzy získané u vzorků pro úřední kontrolu. V případě analýzy pro ochranné nebo rozhodčí účely se použijí vnitrostátní předpisy.

Tyto předpisy přijaté členskými státy musejí obsahovat odkaz na tuto směrnici nebo musí být takový odkaz učiněn při jejich úředním vyhlášení. Způsob odkazu si stanoví členské státy.

Článek 4

(4) Opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro potravinový řetězec a zdraví zvířat,

Tato směrnice vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropské unie*.

Tato směrnice je určena členskými státním.

V Bruselu dne 4. února 2005.

Za Komisi
Markos KYPRIANOU
člen Komise

⁽¹⁾ Úř. věst. L 372, 31.12.1985, s. 50. Směrnice ve znění nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 1882/2003 (Úř. věst. L 284, 31.10.2003, s. 1).

⁽²⁾ Úř. věst. L 77, 16.3.2001, s. 1. Nařízení naposledy pozměněné nařízením (ES) č. 208/2005 (Viz strana 3 tohoto Úředního věstníku).

⁽³⁾ Úř. věst. L 290, 24.11.1993, s. 14. Směrnice ve znění nařízení (ES) č. 1882/2003.

PŘÍLOHA I

METODY ODBĚRU VZORKŮ PRO ÚŘEDNÍ KONTROLU OBSAHU BENZO[A]PYRENU V POTRAVINÁCH**1. Účel a oblast působnosti**

Vzorky určené pro úřední kontrolu obsahu benzo[a]pyrenu v potravinách musejí být odebírány níže uvedenými metodami. Takto získané souhrnné vzorky se považují za reprezentativní pro dotčené šarže. Dodržení maximálních limitů stanovených v nařízení (ES) č. 466/2001 se určuje na základě obsahu zjištěného v laboratorních vzorcích.

2. Definice

„Šarží“ se rozumí identifikovatelné množství potravinové komodity dodané najednou, které má podle úředníka jednotné charakteristiky, jako jsou původ, druh, typ obalu, balírna, zaslátel nebo označení.

„Části šarže“ se rozumí určitá část šarže vyčleněná k tomu, aby z ní byl proveden odběr vzorků. Každá část šarže musí být fyzicky samostatná a identifikovatelná.

„Dílčím vzorkem“ se rozumí množství materiálu odebrané z jednoho místa šarže nebo části šarže.

„Souhrnným vzorkem“ se rozumí souhrn všech dílčích vzorků odebraných ze šarže nebo části šarže.

„Laboratorním vzorkem“ se rozumí vzorek určený pro laboratorní vyšetření.

3. Obecná ustanovení**3.1. Pracovníci**

Odběr vzorků musí být proveden oprávněným pracovníkem podle předpisů členských států.

3.2. Materiál, který má být odebrán

Každá šarže, která má být vyšetřena, musí být vzorkována samostatně.

3.3. Předběžná opatření

Při odběru vzorků a při přípravě vzorků musí být provedena předběžná opatření s cílem zabránit jakýmkoli změnám, které by mohly ovlivnit obsah benzo[a]pyrenu, nepříznivě ovlivnit analytické stanovení nebo znehodnotit reprezentativnost souhrnných vzorků.

3.4. Dílčí vzorky

Dílčí vzorky se odeberou pokud možno z různých míst celé šarže nebo části šarže. Odchyly od toho postupu musejí být zaznamenány v protokolu.

3.5. Příprava souhrnného vzorku

Souhrnný vzorek se připraví sdružením všech dílčích vzorků. Tento souhrnný vzorek se zhomogenizuje v laboratoři, pokud to není neslučitelné s uplatňováním bodu 3.6.

3.6. Duplikátní laboratorní vzorky

Duplikátní vzorky pro účely provedení kontroly, obchodní (ochranné) a rozhodčí účely se odeberou ze zhomogenizovaného souhrnného vzorku, pokud to není v rozporu s předpisy členských států o odběru vzorků.

3.7. Balení a přeprava vzorků

Každý vzorek se uloží do čisté nádoby z inertního materiálu, která poskytuje dostatečnou ochranu před kontaminací a před poškozením při přepravě. Musejí být přijata všechna nezbytná předběžná opatření s cílem zabránit změně složení vzorku, ke které může dojít při přepravě nebo skladování.

3.8. Uzavření a označení vzorků

Každý vzorek odebraný k úředním účelům se uzavře na místě odběru a označí se podle předpisů členských států.

O každém odběru vzorků musí být vystaven protokol, který umožní jednoznačnou identifikaci šarže a v němž musí být uveden datum a místo odběru vzorků a další údaje, které mohou být pro analytika užitečné.

4. Plány odběru vzorků

Použitá metoda odběru vzorků musí zajistit, aby byl souhrnný vzorek reprezentativní pro kontrolovanou šarži.

4.1. Počet dílčích vzorků

V případě olejů, u kterých lze předpokládat homogenní rozložení benzo[a]pyrenu v dané šarži, postačí pro vytvoření souhrnného vzorku odebrat tři dílčí vzorky na jednu šarži. Musí být učiněn odkaz na číslo šarže. V případě olivového oleje a olivového oleje z pokrutin jsou další informace o odběru vzorků uvedeny v nařízení Komise (ES) č. 1989/2003 ⁽¹⁾.

Pokud jde o ostatní výrobky, je minimální počet dílčích vzorků, který má být odebrán z šarže, uveden v tabulce 1. Dílčí vzorky musejí mít přibližně stejnou hmotnost, která není menší než 100 g na dílčí vzorek, a tvoří dohromady souhrnný vzorek s celkovou hmotností alespoň 300 g (viz bod 3.5).

TABULKA 1

Minimální počet dílčích vzorků, které se mají ze šarže odebrat

Hmotnost šarže (kg)	Minimální počet dílčích vzorků, které se mají odebrat
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Skládá-li se šarže z jednotlivých balení, je počet balení, která mají být odebrána, aby byl vytvořen souhrnný vzorek, uveden v tabulce 2.

TABULKA 2

Počet balení (dílčích vzorků), která se odeberou za účelem vytvoření souhrnného vzorku, jestliže se šarže skládá z jednotlivých balení

Počet balení nebo kusů v šarži nebo části šarže	Počet balení nebo kusů, které se mají odebrat
1 až 25	1 balení nebo kus
26 až 100	Asi 5 %, alespoň 2 balení nebo kusy
> 100	Asi 5 %, alespoň 10 balení nebo kusů

4.2. Odběr vzorků v maloobchodním prodeji

Odběr vzorků v maloobchodním prodeji by měl být prováděn pokud možno v souladu s výše uvedenými ustanoveními o odběru vzorků. Není-li to možné, lze použít jiné účinné postupy odběru vzorků v maloobchodním prodeji, pokud zaručují dostatečnou reprezentativnost pro vzorkovanou šarži.

5. Dodržení specifikací v šarži nebo v části šarže

Pro účely potvrzení provede kontrolní laboratoř v duplikátních analýzách v případech, kdy výsledek obdržený z první analýzy je méně než 20 % pod nebo nad maximální úroveň, a v těchto případech z výsledků vypočte průměr.

Šarže se přijme, pokud výsledek první analýzy nebo v případě, že je nezbytná duplikátní analýza, průměr nepřekračuje příslušný maximální limit (jak je stanoven v nařízení (ES) č. 466/2001), přičemž se zohlední nejistota měření a korekce na výtěžnost.

Šarže nevyhovuje maximálnímu limitu (jak je stanoven v nařízení (ES) č. 466/2001), jestliže s přihlédnutím k nejistotě měření a po korekci na výtěžnost výsledek první analýzy nebo v případě, že je nezbytná duplikátní analýza, jestliže průměr překračuje maximální limit bez pochyb.

⁽¹⁾ Úř. věst. L 295, 13.11.2003, s. 57.

PŘÍLOHA II

PŘÍPRAVA VZORKU A KRITÉRIA PRO METODY ANALÝZY POUŽÍVANÉ PŘI ÚŘEDNÍ KONTROLE OBSAHU BENZO[A]PYRENU V POTRAVINÁCH

1. **Předběžná opatření a všeobecné zásady pro benzo[a]pyren ve vzorcích potravin**

Základním požadavkem je získat reprezentativní a homogenní laboratorní vzorek, aniž by došlo k sekundární kontaminaci.

Analytik by měl zajistit, aby při přípravě vzorků nedošlo k jejich kontaminaci. Nádoby by měly být před použitím vypláchnuty acetonem nebo hexanem vysoké čistoty (p.A., třídy HLPC nebo rovnocenné), aby se minimalizovalo riziko kontaminace. Přístroje a pomůcky přicházející do styku se vzorkem by měly být vyrobeny z inertních materiálů, např. z hliníku, skla nebo leštěné korozivzdorné oceli. Neměly by se používat plasty, jako například polypropylen, PTFE atd., protože se do nich může analytický vzorek pohlcovat.

Veškerý materiál vzorku obdržení laboratoří má být použit k přípravě zkušebního materiálu. Pouze důkladně zhomogenizované vzorky poskytují reprodukovatelné výsledky.

Existuje mnoho uspokojivých specifických postupů přípravy vzorku, které mohou být použity.

2. **Zpracování vzorku obdržení laboratoří**

Celý souhrnný vzorek se (podle potřeby) jemně rozeleme a důkladně promísí postupem, u něhož je prokázáno, že jím lze dosáhnout úplné homogenizace.

3. **Rozdělení vzorků pro účely provedení kontroly a pro ochranné účely**

Duplikátní vzorky pro účely provedení kontroly, obchodní (ochranné) a rozhodčí účely se odeberou ze zhomogenizovaného materiálu, pokud to není v rozporu s předpisy členských států o odběru vzorků.

4. **Metody analýzy, které má laboratoř použít, a požadavky na řízení laboratoře**4.1. *Definice*

Níže je uvedeno několik nejběžnějších definic, které musí laboratoř použít:

r = opakovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek opakovatelnosti (tj. stejný vzorek, tentýž pracovník, tatáž aparatura, tatáž laboratoř, stanoveny krátce po sobě);
 $r = 2,8 \times s_r$;

s_r = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti;

RSD_r = relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti
 $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$;

R = reprodukovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek reprodukovatelnosti (tj. u stejného materiálu získaného pracovníky různých laboratoří, za použití standardizované zkušební metody); $R = 2,8 \times s_R$;

s_R = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti;

RSD_R = relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti
 $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, kde \bar{x} je průměr výsledků ze všech laboratoří a vzorků;

$HORRAT_r$ = zjištěná hodnota RSD_r dělená hodnotou RSD_r odvozenou z Horwitzovy rovnice (pramen 1) za předpokladu $r = 0,66 R$;

$HORRAT_R$ = zjištěná hodnota RSD_R dělená hodnotou RSD_R vypočtenou z Horwitzovy rovnice;

U = rozšířená nejistota měření při použití faktoru pokrytí 2, který poskytuje úroveň spolehlivosti přibližně 95 %.

4.2. *Obecné požadavky*

Metody analýzy použité pro účely kontroly potravin musejí být v souladu s body 1 a 2 přílohy směrnice Rady 85/591/EHS.

4.3. *Specifické požadavky*

Nejsou-li na úrovni Společenství předepsány žádné specifické metody pro stanovení benzo[a]pyrenu v potravinách, mohou laboratoře zvolit jakoukoli validovanou metodu za předpokladu, že zvolená metoda splňuje pracovní kritéria uvedená v tabulce. Při validaci by měl být v ideálním případě použit homologovaný referenční materiál.

TABULKA

Pracovní kritéria metod analýzy pro benzo[a]pyren

Parametr	Hodnota / komentář
Použitelnost	Potraviny uvedené v nařízení (ES) č. .../2005
Mez detekce	Nesmí být vyšší než 0,3 µg/kg
Mez stanovitelnosti	Nesmí být vyšší než 0,9 µg/kg
Přesnost	Hodnoty HORRAT _T nebo HORRAT _R podle validačního okružového testu musejí být nižší než 1,5
Výtěžnost	50 % až 120 %
Specifičnost	Bez interferencí matrice nebo spektrálních interferencí, ověření detekce

4.3.1. *Pracovní kritéria – koncepce nejistoty*

Vhodnost metody analýzy, která má být použita v laboratoři, může být však posouzena také pomocí koncepce nejistoty. Laboratoř může používat metodu, která bude poskytovat výsledky s maximální standardní nejistotou. Maximální standardní nejistotu lze vypočítat pomocí následující rovnice:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0,2C)^2]}$$

kde:

U_f je maximální standardní nejistota,

LOD LOD je mez detekce metody,

C C je příslušná koncentrace.

Jestliže analytická metoda poskytuje výsledky s nejistotou měření menší než maximální standardní nejistota, bude metoda vhodná do stejné míry jako metoda, která splňuje pracovní charakteristiky uvedené v tabulce.

4.4. *Výpočet výtěžnosti a uvádění výsledků*

Výsledky analýzy se uvedou jako korigované nebo nekorigované na výtěžnost. Musí být uveden způsob uvedení výtěžnosti a její hodnota. Analytický výsledek korigovaný na výtěžnost se použije pro kontrolu dodržení limitu (viz příloha I bod 5).

Analytik by měl vzít na vědomí „Zprávu Evropské komise o vztahu mezi analytickými výsledky, měřením nejistoty, faktory výtěžnosti a právními předpisy EU v oblasti potravinářství.“ (pramen 2).

Analytický výsledek musí být uveden ve tvaru $x \pm U$, kde x je analytický výsledek a U je nejistota měření.

4.5. *Normy jakosti pro laboratoře*

Laboratoře musejí splňovat požadavky směrnice 93/99/EHS.

4.6. *Další zásady pro analýzu***Zkoušení odborné způsobilosti**

Účast ve vhodných programech zkoušení odborné způsobilosti, které jsou v souladu s „Mezinárodním harmonizovaným protokolem pro zkoušení odborné způsobilosti (chemických) analytických laboratoří“ (pramen 3) vypracovaným pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

Interní řízení jakosti

Laboratoře by měly být schopny prokázat, že mají zavedeny vlastní interní postupy řízení jakosti. Příklady těchto postupů jsou uvedeny v „Pokynech ISO/AOAC/IUPAC pro interní řízení jakosti v chemických analytických laboratořích“ (pramen 4).

LITERATURA

1. Horwitz, W. „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs“ (Hodnocení analytických metod pro regulaci potravin a léků), *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A–76A.
 2. Zpráva Evropské komise o vztahu mezi analytickými výsledky, měřením nejistoty, faktory výtěžnosti a právními předpisy EU v oblasti potravinářství, 2004. (http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm).
 3. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (Mezinárodní harmonizovaný protokol ISO/AOAC/IUPAC pro zkoušení odborné způsobilosti (chemických) analytických laboratoří), upravil Thompson, M. a Wood, R., *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123–2144 (zveřejněno též v *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories (Mezinárodní harmonizované pokyny ISO/AOAC/IUPAC pro interní řízení jakosti v chemických analytických laboratořích), upravil Thompson, M. a Wood R., *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649–666.
-